

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-144396

(43)Date of publication of application : 26.05.2000

(51)Int.Cl. C23C 14/34  
B22F 3/15

(21)Application number : 10-329073

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 19.11.1998

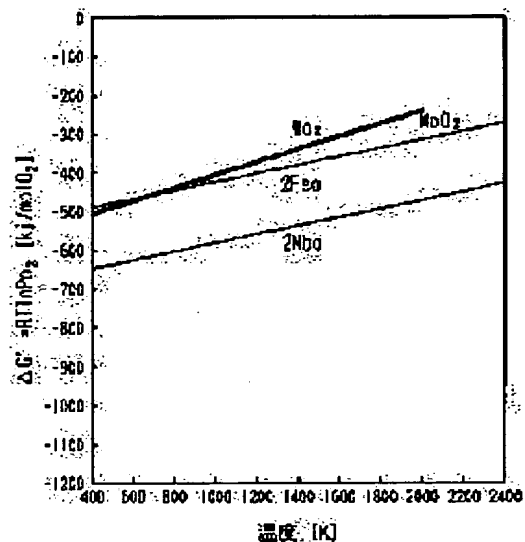
(72)Inventor : UENO TOMONORI

## (54) MANUFACTURE OF TARGET MATERIAL

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To reduce the amount of oxygen in a target stock during powder sintering in the manufacture of a powder sintered target material by hot isostatic press.

**SOLUTION:** In the manufacturing method of the target material, a raw-material powder to be a target stock is sealed in a metallic capsule and powder sintering is performed by hot isostatic press. In this method for manufacturing the target material, a getter metal, whose oxide formed at sintering temperature has an oxygen dissociation pressure lower than that of an oxide formed by a metallic element in the raw-material powder, is allowed to exist in the area to be in contact with the target stock inside the metallic capsule.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-144396

(P2000-144396A)

(43)公開日 平成12年5月26日(2000.5.26)

(51)Int.Cl.

識別記号

F I

ターレット(参考)

C 2 3 C 14/34

C 2 3 C 14/34

A 4 K 0 1 8

B 2 2 F 3/15

B 2 2 F 3/14

M 4 K 0 2 9

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平10-329073

(22)出願日 平成10年11月19日(1998.11.19)

(71)出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都港区芝浦一丁目2番1号

(72)発明者 上野 友典

島根県安来市安来町2107番地2 日立金属

株式会社冶金研究所内

Fターム(参考) 4K018 AA01 AA21 EA16 KA29

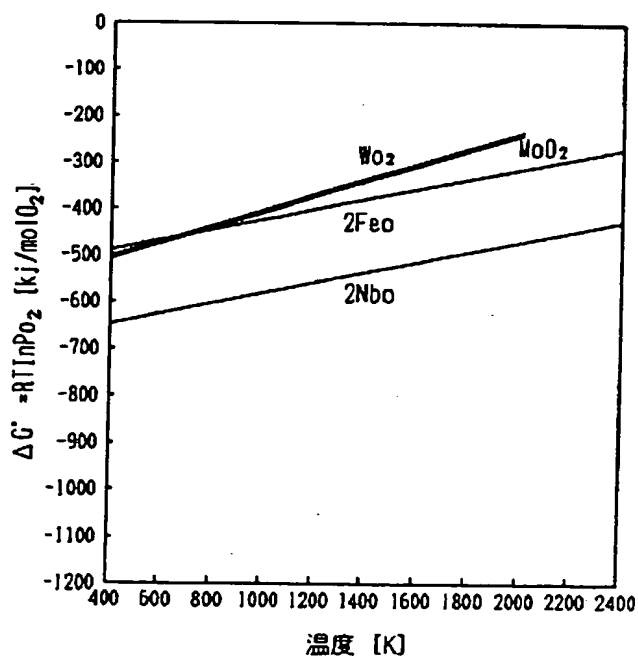
4K029 CA05 DC03 DC04 DC09

(54)【発明の名称】 ターレット材の製造方法

(57)【要約】

【課題】 熱間静水圧プレスによる粉末焼結ターレット材の製造において、粉末焼結中にターレット素材の酸素量を低減する。

【解決手段】 本発明は、金属カプセル中にターレット素材となる原料粉末を封入し、熱間静水圧プレスにより粉末焼結を行うターレット材の製造方法において、前記金属カプセル内部のターレット素材と接する部分に、前記原料粉末中の金属元素が形成する酸化物より、焼結温度にて形成する酸化物の酸素解離圧の低くなるGetter金属を存在させるターレット材の製造方法である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 金属カプセル中にターゲット素材となる原料粉末を封入し、熱間静水圧プレスにより粉末焼結を行うターゲット材の製造方法において、前記金属カプセル内部のターゲット素材と接する部分に、前記原料粉末中の金属元素が形成する酸化物より、焼結温度にて形成する酸化物の酸素解離圧の低くなるゲッター金属を存在させることを特徴とするターゲット材の製造方法。

【請求項 2】 ゲッター金属は Nb であることを特徴とする請求項 1 に記載のターゲット材の製造方法。

【請求項 3】 ターゲット素材は、Mo を主体とすることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のターゲット材の製造方法。

【請求項 4】 ターゲット素材は、Ru を主体とすることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のターゲット材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、スパッタリングの際、母合金として用いられるターゲット材の製造方法に

## 【0002】

【従来の技術】 従来、ターゲット材の製造方法としては、主に溶解・ casting 法および粉末焼結法が用いられていた。特に粉末焼結法としては、無加圧による焼結とホットプレスや熱間静水圧プレスといった加圧しながらの焼結とに分けられる。上記の製造方法において、溶解・ casting 法では真空溶解等の技術、無加圧焼結法では水素炉中の焼結技術により、素材の低酸素化は可能であった。しかし、熱間静水圧プレスによる粉末加圧焼結法においては、粉末はカプセル内に封じ込められているため焼結中の低酸素化は困難と考えられており、原料粉末の酸素量の低減に依存していた。熱間静水圧プレスによる粉末焼結ターゲットの製造方法は、高圧、具体的には 50 MPa 以上という圧力で熱間成形でき、他の製造方法に比べ高密度かつ均一な素材を得られる有効な製造方法であるため、ターゲット材の製造方法として活用されている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 上述したように、熱間静水圧プレスによる粉末焼結ターゲット材の製造方法は、高密度かつ均一な素材を得られる利点はあるが、酸素量が他の製造方法に比べて低くすることが困難であった。しかし、ターゲット材は酸素を低減することが望まれる場合が多い。そこで、本発明は熱間静水圧プレスによる粉末焼結ターゲット材の製造において、粉末焼結中にターゲット素材の酸素量を低減することを目的とする。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 本発明者は、熱間静水圧プレスによる粉末焼結法において、ターゲット素材とな

る原料粉末と接しているカプセルや拡散防止目的の内張り箔等との間の酸素の移動に着目し、ターゲット素材の金属が形成する酸化物より、焼結温度にて形成する酸化物の酸素解離圧の低くなるゲッター金属を存在させることにより、ターゲット素材から酸素を移動・還元できることを見出し本発明に到達した。

【0005】 すなわち、本発明は、金属カプセル中にターゲット素材となる原料粉末を封入し、熱間静水圧プレスにより粉末焼結を行うターゲット材の製造方法において、前記金属カプセル内部のターゲット素材と接する部分に、前記原料粉末中の金属元素が形成する酸化物より、焼結温度にて形成する酸化物の酸素解離圧の低くなるゲッター金属を存在させるターゲット材の製造方法である。

【0006】 本発明におけるゲッター金属としては、Nb を使用することが好ましい。また、Mo あるいは Ru を主体とするターゲット素材の製造に適用することが望ましい。

## 【0007】

【発明の実施の形態】 上述したように、本発明の重要な特徴は熱間静水圧プレスのカプセル内でターゲット素材と接する部分に、酸素解離圧の低いゲッター金属を存在させることである。通常、粉末原料における酸素は、粉末表面の吸着酸素や酸化層が多くを占めている。また、拡散現象を考えると、表面、界面および転位等の欠陥部の拡散は促進されることが知られている。さらに、熱間静水圧プレスによる粉末焼結は、代表的には 400℃～1400℃程度の温度領域で行うため、原料粉末の表面に存在する酸素はある程度拡散すると考えられる。

【0008】 また、酸素解離圧の差異や酸化物の昇華により気相での拡散も考えられる。そして、接する金属により還元することによりターゲット素材の酸素量を低減できる。そこで、ターゲット素材の酸素を素材から拡散もしくは酸化物を離脱させる駆動力としてターゲット素材と接する部分に、焼結温度にてターゲット素材の金属の形成する酸化物の酸素解離圧より、焼結温度にて形成する酸化物の酸素解離圧の低くなる金属を存在させることにより、酸素はターゲット素材から移動する。

【0009】 酸素解離圧は、図 1 に示すエリンガム図（鉄鋼便覧 I、基礎、日本鉄鋼協会、1981、丸善などに記載）などを用いることにより、簡易的に知ることができる。特に、酸素解離圧の大小はエリンガム図を用いると判断しやすい。簡易的には、エリンガム図中でより下に存在する元素がより酸素解離圧が低い。熱間静水圧プレスによる焼結では、通常、鋼やステンレスの金属カプセルに、そのまま、粉末を充填し減圧封入する場合や、素材とカプセル間の拡散による接合防止のため、金属カプセルに剥離材と高融点金属ハクを交互に数回重ねた中に粉末を充填し減圧封入する場合がある。

【0010】 本発明においては、上述した熱間静水圧プ

レスによる焼結方法であれば、金属カプセルもしくは素材と接する高融点金属ハクの金属の形成する酸化物の酸素解離圧をターゲット素材の金属の形成する酸化物より低くする必要がある。

【0011】エリンガム図を見ると、希土類元素等の酸化物の酸素解離圧が低い、熱間静水圧プレスによる焼結を考慮すると、箔として比較的入手し易く形成される酸化物の酸素解離圧の低いNbを用いるのが特に好ましい。また、板や箔が非常に入手し易く、通常、鋼やステンレスとして熱間静水圧プレスのカプセルに用いられるFeも、焼結するターゲット素材の酸化物の酸素解離圧がFeより高い場合はgetter金属として有効である。また、ターゲット素材に、形成する酸化物の酸素解離圧をターゲット素材の金属の形成する酸化物より低い金属塊や粉末を接触させて金属カプセルに減圧封入し、熱間静水圧プレスを行うことも有効である。

#### 【0012】

【実施例】直径150mm、高さ20mmの粉末充填スペースを持つHIP缶を軟鋼で作製し、剥離剤としてB\*

\* N粉末を塗布した金属箔を3枚HIP缶内部にスポット溶接した。本実施例においては、金属箔としてMo箔、Fe箔およびNb箔を準備した。気相還元法により作製したMo粉末およびW粉末、化学還元法によるRu粉末を用いて、Mo粉末、Mo-30W(at%)に組成調整したMo粉末とW粉末の混合粉、およびRu粉末をそれぞれ異なる金属箔を配置した3つのHIP缶に充填し、1250℃×150MPa×3hの条件で焼結した。

10 【0013】それぞれの粉末時点での酸素量および焼結体の酸素量の測定した値を表1に示す。また、表2に1250℃におけるNbO、FeO、MoO<sub>2</sub>およびWO<sub>2</sub>の酸素解離圧を示す。表1および表2より、酸素解離圧の低い金属箔を用いることにより、素材の酸素量が低下していることがわかる。特に、酸素解離圧の低いNbを用いると脱酸素の効果が大きいことがわかる。

#### 【0014】

【表1】

ターゲット素材	分析試料	酸素量 (ppm)
Mo	原料粉末	500
	焼結体/Mo箔	480
	焼結体/Fe箔	220
	焼結体/Nb箔	130
Mo-30W(at%)	原料粉末	450
	焼結体/Mo箔	440
	焼結体/Fe箔	350
	焼結体/Nb箔	220
Ru	原料粉末	150
	焼結体/Mo箔	120
	焼結体/Fe箔	100
	焼結体/Nb箔	90

#### 【0015】

【表2】

	酸素解離圧 (atm)
NbO	$6.92 \times 10^{-20}$
FeO	$1.13 \times 10^{-12}$
MO <sub>2</sub>	$9.03 \times 10^{-12}$
WO <sub>2</sub>	$1.14 \times 10^{-11}$

#### 【0016】

【発明の効果】本発明によれば、熱間静水圧プレス工程において、焼結体の低酸素化を促進することができるため、低酸素のターゲット材の製造に欠かせない技術となる。

る。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】酸素解離圧を示すエリンガム図の一例である。

【図1】

